

AW  
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-059532

(43)Date of publication of application : 04.03.1997

(51)Int.Cl.

C09C 3/08

C09C 1/64

C09C 3/12

(21)Application number : 07-213682

(71)Applicant : TOYO ALUM KK  
NISSHIN STEEL CO LTD

(22)Date of filing : 22.08.1995

(72)Inventor : HASHIZUME YOSHIKI  
KOBAYASHI SATOSHI  
TAKESHIMA EIKI  
SUGITA SHUICHI  
KAWANOBE HIROYUKI

## (54) COLOR METALLIC FLAKE PIGMENT AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a color metallic flake pigment, having a vapor-deposited layer of an organic color pigment on the surface thereof, colored to a high chromaticness, excellent in metallic luster, hardly causing the falling off of the pigment and optimal for use in coating materials and inks or incorporating a resin.

SOLUTION: This color metallic flake pigment has a vapor-deposited layer of an organic color pigment on the surface thereof. The pigment is prepared by carrying out the resistance heating of an organic color pigment (e.g. phthalocyanine), preferably at 300-500° C under a reduced pressure while fluidizing a metallic flake pigment (preferably an aluminum flake having 0.1-5µm thickness, 5-100µm average particle diameter and 5-100 shape factor obtained by dividing the average particle diameter with the thickness) in a vacuum vessel equipped with a powder fluidizing device and a resistance heating device and thereby evaporating and sticking the organic color pigment to the metallic flake pigment. The resistance heating is preferably performed by wrapping the organic color pigment in a netlike resistor, comprising tungsten, etc., and having 25-200µm sieve opening size. The amount of the vapor-deposited organic color pigment is preferably 0.1-0.3g based on 1m<sup>2</sup> surface area of the metallic flake pigment.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

USPS EXPRESS MAIL

EV 511 024 032 US

SEPTEMBER 30 2004

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-59532

(43) 公開日 平成9年(1997)3月4日

(51) Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C	3/08	P B V	C 0 9 C	3/08 P B V
	1/64	P B L		1/64 P B L
	3/12	P C H		3/12 P C H

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平7-213682	(71) 出願人	000222093 東洋アルミニウム株式会社 大阪府大阪市中央区久太郎町3丁目6番8号
(22) 出願日	平成7年(1995)8月22日	(71) 出願人	000004581 日新製鋼株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目4番1号
		(72) 発明者	橋詰 良樹 大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 川口 義雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 着色金属フレーク顔料およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 従来の金属フレーク顔料の着色方法で問題となっていた色落ち、彩度不足、金属光沢低下などの問題を解決し、塗料・インキ用あるいは樹脂練り込み用として最適な着色金属フレーク顔料とその製造方法を提供すること。

【解決手段】 蒸着法により、詳しくは粉体流動化装置及び抵抗加熱装置を備えた真空容器内において、金属フレーク顔料を流動化させながら、有機着色顔料を減圧下で抵抗加熱することにより蒸発させ、金属フレーク顔料に付着せしめることにより、金属フレーク顔料の表面に有機着色顔料層を形成することにある。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面に有機着色顔料の蒸着層を有する着色金属フレーク顔料。

【請求項2】 金属フレーク顔料がアルミニウムフレークである請求項1記載の着色金属フレーク顔料。

【請求項3】 有機着色顔料の蒸着量が金属フレーク顔料の表面積1m<sup>2</sup>当たり0.05～0.5gの範囲である請求項1または2記載の着色金属フレーク顔料。

【請求項4】 蒸着層の上に、シランカップリング剤、チタンカップリング剤及び樹脂から選ばれる少なくとも一種からなるコーティング層を有する請求項1～3のいずれかに記載の着色金属フレーク顔料。

【請求項5】 粉体流動化装置及び抵抗加熱装置を備えた真空容器内において、金属フレーク顔料を流動化させながら、有機着色顔料を減圧下で抵抗加熱することにより蒸発させ、金属フレーク顔料に付着せしめることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の着色金属フレークの製造方法。

【請求項6】 抵抗体として目開き25～200μmの金属あるいはカーボンからなる網を用い、その網に有機着色顔料を包んで加熱することを中心とする請求項5に記載の着色金属フレークの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は自動車等のメタリック塗装仕上げ、プラスチックの装飾仕上げ等を使用される着色金属フレーク顔料およびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、メタリック塗装仕上げにはアルミニウムフレーク顔料が使用されており、このアルミニウムフレーク顔料を着色する場合には着色顔料をアルミニウムフレーク顔料に混合して使用していた。この場合、無彩色であるアルミニウムフレークの色が強調され、鮮明な色調が得られにくいという問題があった。また、アルミニウムフレークの代わりに雲母等を着色したフレーク顔料も使用されているが、この場合パール調の特徴ある色調は得られるものの、隠ぺい力に乏しく、また金属光沢感が得られにくいという問題があった。また樹脂に金属フレーク顔料を練り込んで装飾効果を得る場合にも同様の問題が生じる。

【0003】 これを解決するため、樹脂コート法などにより金属フレーク顔料に着色顔料を付着せしめて着色する方法が提案されている（例えば特表平5-50842号公報等）が、この方法では十分な量の着色顔料を付着させることが困難なため、鮮明な色調を得ることができなかった。また、十分な量の着色顔料を付着させるべく着色顔料の付着量を多くしたとしても、着色顔料の脱落が起こり易い、金属光沢が失われる等の問題があった。

【0004】 一方、フタロシアニンブルー等の有機着色顔料をアルミニウム等の基材に蒸着し着色する方法は公知である。しかし、この方法が粉体に応用された例は無い。これは、有機着色顔料を粉体に均一に蒸着することは難しく、従来の技術では不可能であったためである。

【0005】 本発明者らは、金属フレーク顔料に着色顔料を均一に蒸着する方法を見出し、および前記方法によって得られた着色金属フレーク顔料が色調および耐溶剤性等の特性に優れていることを見出し、本発明に至った。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、従来の金属フレーク顔料の欠点である彩度を改善し、蒸着法により高彩度に着色された金属フレーク顔料およびその製造方法を提供しようとするものである。

【0007】 さらに、従来の金属フレーク顔料の着色方法で問題となっていた色落ち、彩度不足、金属光沢低下などの問題を解決し、塗料・インキ用あるいは樹脂練り込み用として最適な着色金属フレーク顔料とその製造方法を提供しようとするものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明の特徴は、金属フレーク顔料の表面に蒸着法により有機着色顔料層を形成することにある。具体的には、本発明では、粉体流動化装置及び抵抗加熱装置を備えた真空容器内において、金属フレーク顔料を流動化させながら、有機着色顔料を減圧下で抵抗加熱することにより蒸発させ、金属フレーク顔料に付着せしめることにより、色調および耐溶剤性にすぐれた着色金属フレーク顔料を得ようとするものである。

## 【0009】

【発明の実施の形態】 基材となる金属フレーク顔料としては、アルミニウム、亜鉛、銅、ブロンズ、ニッケル、チタン、ステンレス等の金属フレークを使用し得るが、金属光沢に優れている、安価である、比重が小さいため取り扱い易い点で、アルミニウムフレークが特に好適である。金属フレーク顔料の厚みは0.1～5μm、平均粒径が5～100μmのもので平均粒径を厚みで割った形状係数が5～100程度の範囲のものが良い。

【0010】 本発明で使用される蒸着装置は、粉体流動化装置および抵抗加熱装置を真空容器内に備えていることを特徴とするものである。粉体流動化装置としては攪拌羽根、スクリュウ、スクレーパー、回転式流動化装置、振動式流動化装置等が使用し得る。

【0011】 抵抗加熱装置の電圧および電流は、蒸発させる有機着色顔料の昇華温度及びその量に応じて決定される。有機着色顔料を蒸発させる温度は200℃から700℃、より好ましくは300℃から500℃である。これよりも温度が低い場合は有機着色顔料を蒸発させることができず、温度がより高い場合は有機着色顔料が熱

により分解してしまうので好ましくない。

【0012】抵抗加熱装置の抵抗体としては、タングステン、モリブデン、鉄、ステンレス、カーボン等からなる抵抗体が好適である。抵抗体の形状はプレート状あるいはブロック状であっても良いが、網状の抵抗体を用い、その中に有機着色顔料を包んで加熱する方法が最も好ましい。これにより有機着色顔料を金属フレークの存在する下方へ蒸着せしめることが可能となり、かつ有機着色顔料と抵抗体との接触面積を多くすることが可能となるため、均一かつ効率的に加熱することができるから

である。網の目開きは25〜200 $\mu$ m程度が良い。目開きが小さい場合は顔料が目詰まりを起こして蒸着速度が低下し、大きい場合は顔料が網からこぼれ、うまく包むことができない。

【0013】蒸着は通常、真空容器の真空度を $10^{-2}$ Torr以下程度まで真空引きしてから行う。

【0014】本発明で蒸着される有機着色顔料は、標準状態で蒸発温度が300〜600℃程度のものが好適である。具体的には下記の系統の顔料が例示され得る。

【0015】フタロシアニン、ハロゲン化フタロシアニン、キナクリドン、ジケトピロロピロール、イソインドリノン、アゾメチン金属錯体、インダンスロン、ベリレン、ベリノン、アントラキノン、ジオキサジン、ベンゾイミダゾロン、縮合アゾ、トリフェニルメタン、キノフタロン、アントラピリミジン。

【0016】蒸着させる有機着色顔料の量は好ましくは金属フレーク顔料の表面積1 $m^2$ 当たり0.05〜0.5g、より好ましくは0.1〜0.3gの範囲である。これよりも少ない場合は充分着色させることが出来ず、多すぎると有機着色顔料の脱落が生じ易くなる。

【0017】このようにして得られた着色金属フレーク顔料はその表面に蒸着された有機着色顔料の連続した層もしくは薄膜が形成されているため、鮮やかな色調を示し、かつ金属光沢も優れている。さらに着色顔料が層もしくは薄膜として付着しているため脱落しにくく、有機溶剤や塗料あるいは樹脂に分散する場合にも着色顔料が剥がれにくいという利点がある。実際、この着色金属フレーク顔料を有機溶剤に分散させても上澄み液が薄く着色する程度であることから、大部分の着色顔料は金属フレーク顔料表面に固定されていることが分かる。従来の着色金属フレーク顔料（市販着色金属フレーク顔料、昭和アルミニウムパウダー（株）F500RE）と本発明による着色金属フレーク顔料（実施例1）の電子顕微鏡写真をそれぞれ図2、図3に示す。図2の従来の着色金属フレーク顔料では金属フレークの表面に着色顔料が粒子として付着しているため、金属光沢が乏しく、色調の鮮やかさに欠ける上に、脱落し易い。図3の本発明による着色金属フレーク顔料ではその表面に着色顔料の微細結晶粒子からなる連続した層もしくは薄膜が形成されているため、金属光沢の低下が少なく色調も鮮やかで、着

色顔料の脱落が起こりにくい。

【0018】蒸着した有機着色顔料の密着性は、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤、樹脂等で蒸着層の上からコーティングすることによりさらに改善することができる。これらの処理剤を被覆した着色金属フレーク顔料を有機溶剤に分散させると、上澄み液がほとんど無色透明となり、完全な耐溶剤性が達成できる。これは、上記処理剤が有機着色顔料薄膜の欠陥部に浸入して固定化の役割を果たし、有機着色顔料の密着性を向上させるためである。処理剤の量は着色金属フレーク顔料100重量部に対し、0.5〜20重量部が適当である。これよりも量が少ない場合には充分な効果が得られず、多すぎると着色金属フレーク顔料の金属光沢が損なわれてしまう。

【0019】使用されるシランカップリング剤としては、ビニルトリエトキシシラン、ビニル・トリス（ $\beta$ -メトキシエトキシ）シラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ （3,4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、N- $\beta$ -（アミノエチル）- $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -ウレイドプロピルトリエトキシシラン、N- $\beta$ -（アミノエチル）- $\gamma$ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン等が例示され得る。また、チタネートカップリング剤としては、イソプロピルトリオクタノイルチタネート、イソプロピルジメタクリルイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリ（ジオクチルホスフェート）チタネート、イソプロピルイソステアロイルジアクリルチタネート、イソプロピルトリ（N-アミノエチル・アミノエチル）チタネート、ジクミルフェニルオキシアセテートチタネート、ジイソステアロイルエチレンチタネート等が例示され得る。シランカップリング剤、チタネートカップリング剤共に、分子中にアミノ基を含むものが基材との密着性が良好であるために特に好ましい。これらのカップリング剤で処理する場合には、炭化水素系溶媒、アルコール系溶媒等に有機着色顔料を蒸着した着色金属フレーク顔料を分散させたスラリーにカップリング剤と、必要に応じて水を添加し、加熱攪拌して処理するか、あるいは着色金属フレーク顔料に溶媒を添加してペースト状とし、混練する際にカップリング剤を添加する方法が好ましい。このようにして処理した着色金属フレーク顔料は、その表面がシランカップリング剤またはチタンカップリング剤が加水分解し縮合した形態で被覆されているものと考えられる。

【0020】被覆する樹脂については例えば下記に示すモノマーから合成される。

【0021】アクリル酸、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル、ア

5

クリル酸シクロヘキシル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシブチル、アクリル酸2-メトキシエチル、アクリル酸2-ジエチルアミノエチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸オクチル、1, 4-ブタンジオールジアクリレート、1, 6-ヘキサンジオールジアクリレート、1, 9-ノナンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリスアクリロキシエチルホスフェート、ジトリメチロールプロパントリアクリレート、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエン、ジビニルベンゼン、アクリルニトリル、メタクリルニトリル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸、ポリブタジエン、アミノ油、大豆油、エポキシ化大豆油、エポキシ化ポリブタジエン、シクロヘキセンビニルモノオキシド、ジビニルベンゼンモノオキシド。着色金属フレック顔料を樹脂で被覆する場合、該着色金属フレック顔料を炭化水素系あるいはアルコール系溶媒に分散したスラリーに上記のモノマーと過酸化ベンゾイル、過酸化イソブチル、アゾビスイソブチロニトリル等の重合開始剤を添加し、加熱攪拌してモノマーを重合させ、該着色金属フレック顔料表面に析出させる方法が好ましい。

【0022】本発明の着色金属フレック顔料は塗料・インキあるいは樹脂成形体などに配合された樹脂組成物として使用される。

【0023】塗料は次のような成分から構成される。

【0024】1) 樹脂: アクリル、アルキッド、ポリエステル、ポリウレタン、ポリ酢酸ビニル、ニトロセルロース、フッ素樹脂;

2) 顔料: 本発明による着色フレックの他に下記のような着色顔料あるいは体質顔料もしくは染料を併用しても良い。

【0025】フタロシアニン、キナクリドン、イソインドリノン、ベリレン、アゾレーキ、酸化鉄、黄鉛、カーボンブラック、酸化チタン、パールマイカ等;

3) 添加剤: 溶剤、界面活性剤、硬化剤、紫外線吸収剤、静電気除去剤、増粘剤等。

【0026】樹脂成形体は次のような成分から構成される。

【0027】1) 樹脂: ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブタジエン、ポリカーボネート、ABS、ポリ塩化ビニル等;

2) 顔料: 本発明による着色フレックの他に下記のような着色顔料あるいは体質顔料もしくは染料を併用しても良い。

【0028】フタロシアニン、キナクリドン、イソイン

6

ドリノン、ベリレン、アゾレーキ、酸化鉄、黄鉛、カーボンブラック、酸化チタン、パールマイカ等;

3) 添加剤: カップリング剤、可塑剤、硬化剤等。

【0029】

【発明の効果】本発明の方法によれば、金属フレック顔料を攪拌流動化させながら有機着色顔料蒸気に効率良く接触させることが出来るため、金属フレック顔料の表面に有機着色顔料を厚く均一に蒸着させることが可能である。

10 【0030】本発明の着色金属フレック顔料は有機着色顔料が層もしくは薄膜として基材の金属フレックに蒸着しているため、高彩度に着色されており、しかも金属光沢にも優れている。また、塗料や溶剤中で攪拌しても顔料の脱落が起こりにくい。さらに、その上からシランカップリング剤、チタンカップリング剤、樹脂等で被覆することにより、有機着色顔料の密着性をさらに改善することができる。

【0031】本発明では使用できる有機着色顔料の範囲が広いので、得られる着色フレックもあらゆる色彩が可能である。

【0032】

【実施例および比較例】

—実施例1—

図1に示す蒸着装置を用い、アルミニウムフレックにフタロシアニンプールの蒸着を試みた。ここでは粉体流動化装置としてバレル型回転式真空チャンバー（直径300mm×高さ300mm）を備えた回転式流動化装置を使用している。真空チャンバーの一端は回転シールを介して中空の固定軸で支持されており、固定軸にはロータリーポンプ及び油拡散ポンプからなる真空系に接続された排気管が取り付けられている。真空チャンバーは電動モーターの動力を受けて回転するローターの摩擦力を受けて回転する構造となっている。抵抗加熱装置は直流電源、一対の銅電極およびステンレス網（目開き45 $\mu$ m）の抵抗体から構成される。銅電極は直流電源から固定軸を通して真空チャンバー内部に引き込まれた電線に接続されている。ステンレス網の抵抗体は、真空チャンバーの中央に位置するように、銅電極にボルトで固定されるようになっている。

40 【0033】アルミニウムフレックとしては、東洋アルミニウム（株）製、ミラグロー1000（平均粒径: 約30 $\mu$ m、平均厚さ: 約1 $\mu$ m、比表面積: 1.4m<sup>2</sup>/g）を、アセトンに分散したスラリーをグラスフィルタに入れて吸引濾過し、次いで200℃で熱風乾燥することにより、乾燥粉末としたものを用い、フタロシアニンプールとしてはBASFジャパン（株）のHeliogen Blue L6900を用いた。具体的な手順は以下の通りである。

【0034】真空チャンバーの下部にアルミニウムフレック20gを充填する。→ステンレス網（200mm×

100mm) にフタロシアニンブルー30gを包み、その網を両電極にボルトで固定する。→ロータリーポンプおよび油拡散ポンプを用い、真空チャンバー内の真空度を $10^{-4}$  torr以下まで上げる。→真空チャンバーをローターにより回転数4rpmで回転させ、アルミニウムフレークを流動化させる。→アルミニウムフレークを流動化させながら、電極に電流を流し(10V, 40A)、60分間顔料を加熱し蒸発させる。この時の加熱部の温度は約400℃である。→蒸発終了後、アルミニウムフレークを室温付近まで冷却する→チャンバー内を常圧に戻し、蓋を開けてアルミニウムフレークを取り出す。

【0035】このようにして得られた着色アルミニウムフレーク顔料は鮮やかな青色を呈し、かつ金属光沢も優れていた。この着色金属フレーク顔料を走査電子顕微鏡で観察すると、図3に示すように、微細結晶粒子の集合体からなるフタロシアニンブルーの薄膜がアルミニウムフレーク表面に形成されていた。

【0036】この着色金属フレーク顔料を酸に溶解し、\*

\*得られた溶液中のアルミニウム分を原子吸光分析で定量することにより顔料付着量を算出したところ、アルミニウムフレーク100重量部に対し25重量部のフタロシアニンブルーが付着していることが判明した。フレークの単位表面積当たりに換算すると、フタロシアニンブルーの付着量は $0.18\text{ g/m}^2$ となる。

【0037】—実施例2〜7、比較例1〜2—

金属フレーク顔料の種類、有機着色顔料の種類および付着量を変化させた以外は実施例1と同様にして、実施例2〜7の着色金属フレーク顔料を作成した。

【0038】—実施例8—

フタロシアニンブルー30gを電極に接続したプレートにのせて加熱し、蒸着時間を120分にした以外は実施例1と同様にして着色金属フレークを得た。

【0039】表1に実施例1〜8の条件と得られた着色金属フレーク顔料の顔料付着量をまとめて示す。

【0040】

【表1】

表1 着色金属フレーク顔料の作成条件と色調

	金属フレーク 顔料	有機顔料	蒸着時間 (分)	付着量 ( $\text{g/m}^2$ )
実施例 1	アルミニウム	フタロシアニンブルー	60	0.18
実施例 2	アルミニウム	キナクリドンレッド1)	90	0.25
実施例 3	アルミニウム	ジケトピロロピロール2)	45	0.12
実施例 4	アルミニウム	イソインドリノン	60	0.20
実施例 5	アルミニウム	フタロシアニングリーン4)	90	0.25
実施例 6	ステンレス5)	フタロシアニンブルー	30	0.12
実施例 7	アルミニウム	フタロシアニンブルー	30	0.08
実施例 8	アルミニウム	フタロシアニンブルー	1206)	0.07
比較例 1	アルミニウム	フタロシアニンブルー	10	0.04
比較例 2	アルミニウム	フタロシアニンブルー	120	0.65

1) CINQUASIA RED RT-759D,

2) IRGAZIN DPP RED 80,

3) CROMOPHTAL ORANGE 2G,

4) HELIOGEN L8730,

1)、2)、3)は日本チバガイギー(株)、4)はBASFジャパン(株)

5) ステンレスフレーク: 平均粒径=20 $\mu\text{m}$ 、比表面積=0.5 $\text{m}^2/\text{g}$

6) 顔料をプレートにのせて加熱し蒸着

【0041】—実施例9—

実施例1で得られた着色金属フレーク顔料5gにN- $\beta$ -(アミノエチル)- $\gamma$ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン0.25g、イソプロピルアルコール100gからなる溶液を加え、50℃で3時間攪拌した後、エバポレーターで真空吸引しながら加熱することによりイソプロピルアルコールを除去し、その後105℃で3時間熱風乾燥することにより、シランカップリング剤被覆着色金属フレーク顔料を得た。

【0042】—実施例10—

カップリング剤を $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランに変更した以外は実施例9と同様にして、シランカップリング剤被覆着色金属フレーク顔料を得た。

【0043】—実施例11—

カップリング剤をイソプロピルトリ(N-アミノエチル・アミノエチル)チタネートに変更した以外は実施例9と同様にして、チタンカップリング剤被覆着色金属フレーク顔料を得た。

【0044】—実施例12—

50 実施例2で得られた着色金属フレーク顔料10gをミネ

ラルスピリット100mlに分散してスラリーを作成した。該スラリーにメタクリル酸メチル0.25g、1,6-ヘキサジオールジアクリレート0.25g、ステレン0.25重量部、アクリル酸0.25重量部を添加し、窒素中で80℃で加熱撹拌しながら、重合開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル0.05gを添加してモノマーを重合させ、着色金属フレーク顔料表面に析出させた。

【0045】-比較例3-

金属フレーク顔料(東洋アルミニウム(株)製 MG1000)10g(金属分換算)及びフタロシアニンブルー(BASFジャパン(株)のHeliogen L6900)をミネラルスピリット100mlに分散してスラリーを作成した。該スラリーにメタクリル酸メチル0.25g、1,6-ヘキサジオールジアクリレート0.25g、ステレン0.25重量部、アクリル酸0.25重量部を添加し、窒素中で80℃で加熱撹拌しながら、重合開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル0.05gを添加してモノマーを重合させ、顔料と共に金属フレーク顔料表面に析出させた。

【0046】(テスト1)実施例1~12、比較例1~3で得られた着色金属フレーク顔料の色調について、こ

の顔料を用いて塗料を作成し塗布した塗板の彩度と金属光沢を目視による5段階評価で評価した。

【0047】塗料は着色金属フレーク顔料5重量部に対し、自動車補修用ワニス(日本ペイント(株)製 オートクリヤー)100重量部を加え、ホモキサーで分散することにより、作成した。得られた塗料を225μm(9mil)のドクターブレードで両面アート紙上に塗布し塗板を作成した。

【0048】なお、市販の着色金属フレーク顔料についても同様のテストを行った。

【0049】(テスト2)トルエン、イソプロピルアルコール、酢酸エチル、メチルエチルケトンの4種類の溶剤各30gに、実施例1~12、比較例1~3で得られた着色アルミニウムフレーク各0.3gをホモキサーを用い、回転数3200RPMで3分間分散し、得られた分散体を24時間放置した後、上澄み液を観察することにより、顔料の脱落の程度を評価した。

【0050】なお、市販の着色金属フレーク顔料についても同様のテストを行った。

20 【0051】テスト1、2の結果を表2に示す。

【0052】

【表2】

表2 着色金属フレークの色調と耐溶剤性

顔料名	色 調		耐 溶 剤 性			
	彩 度	光 沢	I P A	トルエン	MEK	酢酸 1/1
実施例 1	5	5	△	△	○	○
実施例 2	4	5	△	△	○	○
実施例 3	5	5	△	△	○	○
実施例 4	5	5	△	△	○	○
実施例 5	4	5	△	○	○	○
実施例 6	5	4	△	△	○	○
実施例 7	4	5	○	○	○	○
実施例 8	4	5	○	○	○	○
実施例 9	5	5	○	○	○	○
実施例 10	5	5	△	○	○	○
実施例 11	5	5	○	○	○	○
実施例 12	5	5	○	○	○	○
比較例 1	2	5	○	○	○	○
比較例 2	5	2	×	×	×	×
比較例 3	2	4	×	×	×	×
市販品 1	3	4	×	○	×	×
市販品 2	3	4	×	×	×	×

彩度の評価: 5 (非常に良好) 4 (良好) 3 (普通) 2 (不良) 1 (着色せず)

光沢の評価: 5 (非常に良好) 4 (良好) 3 (普通) 2 (不良) 1 (光沢無し)

耐溶剤性の評価: ○ (上澄みが無色透明) △ (上澄みは透明だが薄く着色)

× (上澄みが不透明または濃く着色)

市販品 1: 昭和アルミパウダー工業 フレンドカラー F500BL

市販品 2: 昭和アルミパウダー工業 フレンドカラー F500RE

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の着色金属フレーク顔料の製造に使用される蒸着装置の概略図である。

【図2】従来の着色金属フレーク顔料の粒子構造を示す

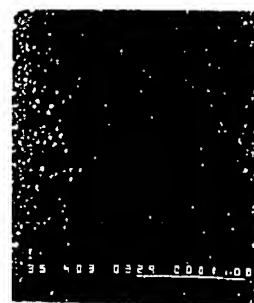
電子顕微鏡写真である。

【図3】本発明による着色金属フレーク顔料の粒子構造を示す電子顕微鏡写真である。

【図2】



【図3】





【図 1】

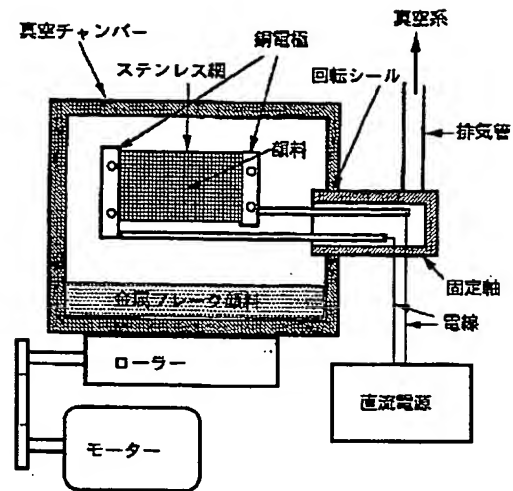


図1 金属フレーク顔料の着色顔料蒸着装置

【手続補正書】

【提出日】平成 7 年 8 月 2 2 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】図面

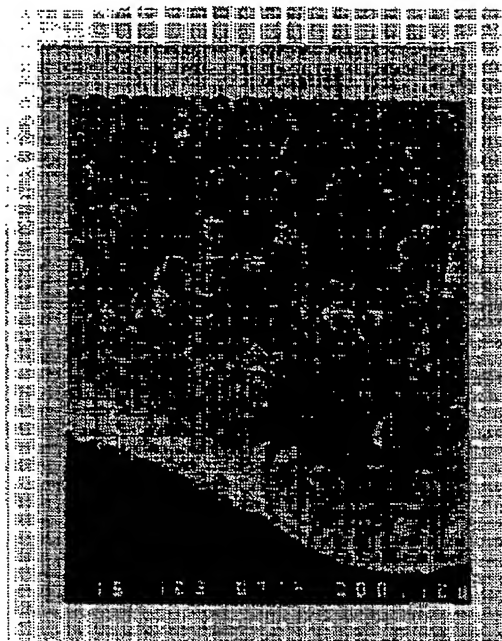
【補正対象項目名】図 2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図 2】

## 図面代用写真



【手続補正2】

【補正対象書類名】図面

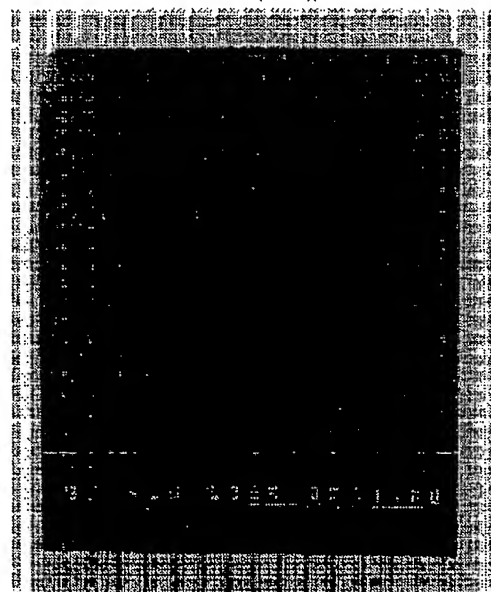
【補正対象項目名】図3

【補正方法】変更

【補正内容】

【図3】

図面代用写真



フロントページの続き

(72) 発明者 小林 聡史  
大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目 6 番 8  
号 東洋アルミニウム株式会社内

(72) 発明者 竹島 鋭機  
千葉県市川市高谷新町 7 番地の 1 日新製  
鋼株式会社内

(72) 発明者 杉田 修一  
千葉県市川市高谷新町 7 番地の 1 日新製  
鋼株式会社内

(72) 発明者 川野辺 啓之  
千葉県市川市高谷新町 7 番地の 1 日新製  
鋼株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**